

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-001029

(43)Date of publication of application : 07.01.2003

(51)Int.Cl. B01D 39/20
C04B 38/00
F01N 3/02

(21)Application number : 2001-184060

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 18.06.2001

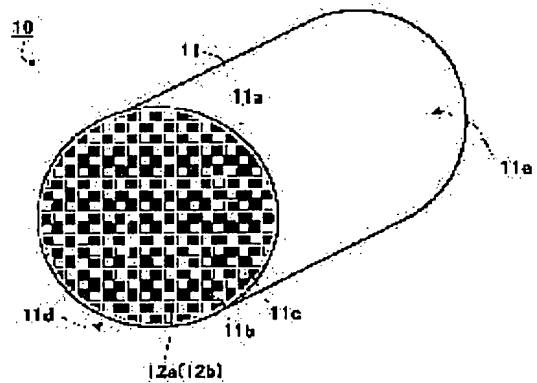
(72)Inventor : SUWABE HIROHISA
OTSUBO YASUHIKO

(54) POROUS CERAMIC HONEYCOMB FILTER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a porous ceramic honeycomb filter which has a porous ceramic honeycomb structure, has an outer peripheral wall and many cells surrounded by cell walls on the inner peripheral side of the outer peripheral walls and the one end face of which is sealed by using a sealant, for collecting fine particles contained in exhaust gas by the cell walls by making the exhaust gas pass through the pores of the cell walls and flow through the adjacent cells and whose fine particle collecting efficiency is high and whose pressure loss is low even when the porosity of the cell wall is \cdot 55% and a catalyst is deposited on the porous ceramic honeycomb filter.

SOLUTION: The porosity of the cell wall is 55-75%, the average pore size is 10-40 μ m and the surface roughness (the maximum height R_y) is \cdot 10 μ m.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-1029

(P2003-1029A)

(43) 公開日 平成15年1月7日 (2003.1.7)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
B 0 1 D 39/20		B 0 1 D 39/20	D 3 G 0 9 0
C 0 4 B 38/00	3 0 3	C 0 4 B 38/00	3 0 3 Z 4 D 0 1 9
F 0 1 N 3/02	3 0 1	F 0 1 N 3/02	3 0 1 B 4 G 0 1 9

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2001-184060(P2001-184060)

(22) 出願日 平成13年6月18日 (2001.6.18)

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 諏訪部 博久

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社先端エレクトロニクス研究所内

(72) 発明者 大坪 靖彦

福岡県京都郡苅田町長浜町35番地 日立金属株式会社九州工場内

Fターム(参考) 3G090 AA02

4D019 AA01 BA05 BB06 BD01 CA01

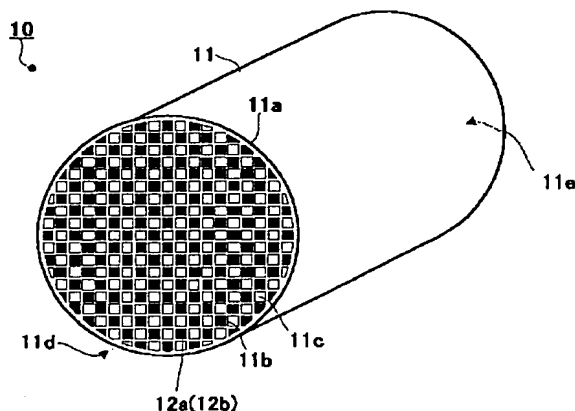
4G019 FA01 FA12 FA13

(54) 【発明の名称】 多孔質セラミックハニカムフィルタ

(57) 【要約】

【課題】 外周壁と、この外周壁の内周側でセル壁により囲まれた多数のセルを有する多孔質セラミックハニカム構造体のセルの片端面を目封じ材で目封じして、排気ガスを前記セル壁の細孔を通過させて隣接セルに流し、排気ガスに含まれる微粒子を前記セル壁で捕集するセラミックハニカムフィルタであって、気孔率が55%以上として触媒を担持しても、排気ガス中の微粒子の捕集効率が高かつ圧力損失が少ないハニカムフィルタを得る。

【解決手段】 セル壁の気孔率を55~75%、平均細孔径を10~40 μ m、かつ表面粗さ(最大高さRy)を10 μ m以上とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 外周壁と、この外周壁の内周側でセル壁により囲まれた多数のセルを有するハニカム構造体のセルの片端面を目封じ材で目封じして、排気ガスを前記セル壁の細孔を通過させて隣接セルに流し、排気ガスに含まれる微粒子を前記セル壁で捕集する多孔質セラミックハニカムフィルタであって、前記セル壁の気孔率が55～75%、平均細孔径が10～40 μ m、表面粗さ（最大高さRy）が10 μ m以上であることを特徴とする多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項2】 前記セル壁の気孔率が60～70%であることを特徴とする請求項1記載の多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【請求項3】 前記セル壁を構成するセラミックスの主結晶がコーゼライトであることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の多孔質セラミックハニカムフィルタ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ディーゼルエンジンなどの排気ガス中に含まれる微粒子を捕集する多孔質セラミックハニカムフィルタに関する。

【0002】

【従来技術】地域環境や地球環境の保全面から、自動車などのエンジンから排出される排気ガスに含まれる有害物質の削減が求められている。特にディーゼルエンジンなどの排気ガス中に含まれる微粒子を捕集するため、多孔質セラミックハニカムフィルタ（以下、「多孔質セラミックハニカムフィルタ」を略して「ハニカムフィルタ」という）が注目され、実用されるようになってきた。

【0003】図1はハニカムフィルタ10の斜視図であり、図2は、図1のハニカムフィルタ10の模式断面図である。図1及び図2に示すように、通常、ハニカムフィルタ10は、略円筒状で、外周壁11aと、この外周壁11aの内周側でセル壁11bにより囲まれた多数のセル11cを有する多孔質セラミックハニカム構造体（以下、「多孔質セラミックハニカム構造体」を略して「ハニカム構造体」という）11でのセル11cの流入側11d、流出側11eの両端面を交互に目封じ材12a、12bで目封じしている。そして、ハニカムフィルタ10は、金属容器（図示せず）内で圧縮状態として介挿されたセラミック繊維マットなどの把持部材の面圧で金属容器に収納されている。

【0004】ハニカムフィルタ10での排気ガス浄化は、以下の通り行われる。図2で、排気ガスは、ハニカムフィルタ10の流入側11dで開口しているセル11cから流入（10aで示す）し、セル壁11bに形成された細孔（図示せず）から隣接セルに流れ、流出側11eから排出（10bで示す）する。そして、排気ガス中

に含まれる微粒子などは、セル壁11b内で連続する細孔から隣接セルに通過する際に濾過され、捕集される。そして、捕集された微粒子が一定量以上になると、電気ヒーターやバーナ等で燃焼除去されハニカムフィルタ10の再生が行われる。

【0005】また、ハニカムフィルタ10のセル壁11bやセル壁11bに形成した細孔（図示せず）に白金金属触媒などの触媒を担持することにより、微粒子の燃焼温度を下げ、捕集した微粒子を連続的に燃焼させる方法もある。さて、ハニカムフィルタ10には、微粒子の捕集効率が高いことと、圧力損失が低いことが要求される。微粒子の捕集効率が高く、圧力損失が低ければ、微粒子の蓄積に伴うエンジンへの背圧増加が遅くなって、捕集を継続できる時間が長くなり、再生までのインターバルも長くなる。しかし、一般的に捕集効率と圧力損失は反比例の関係にあり、捕集効率を高くしようとすると圧力損失が増大し、一方、圧力損失を低くしようとすると捕集効率が悪化するようになる。従来、捕集効率と圧力損失が両立できるよう、ハニカムフィルタのセル壁の気孔率や平均細孔径を調整していたが限界があった。特に、担持した触媒で微粒子を連続的に燃焼させる場合、担体として活性アルミナ等の高比表面積材料をセル壁の細孔内部にコーティングする必要があることから、高比表面積材料がセル壁の細孔を閉塞してしまい、コーティングしていないフィルタに比べ圧力損失が高くなって、高捕集効率で低圧力損失のフィルタを得ることは困難であった。

【0006】上記問題を解決するため、特開平7-163823号公報には、セル壁の気孔率を45%以上60%以下とすることに加えて、その表面から内部に向かって開口および貫通する全細孔の比表面積M（ m^2/g ）と、そのフィルタ表面における表面粗さN（ μm ）との関係を $1000M+85N \geq 530$ の範囲とすることで、フィルタ面積とフィルタ表面から内部に連鎖して貫通した細孔の数を増加させ、捕集時間が長く、再生回数を少なくできるようにしたハニカムフィルタが開示されている。

【0007】また、特開平8-931号公報には、気孔率を40%以上55%以下、平均細孔径を5 μm 以上50 μm 以下とすることに加えて、Valley Levelなる値を20%以下とすることで、ハニカムフィルタ表面に捕集された微粒子の剥離性が良くなり、逆洗エアによる再生効率を良くしようとしたハニカムフィルタが開示されている。ここで、Valley Level

とは、触針式表面粗さ計によりフィルタ表面の粗さのデータを3次元解析して、ある面に対してフィルタの凸部の体積と凹部の体積とが等しくなるような面を平均面とし、この平均面でフィルタを切断したと仮定したとき、平均面における細孔面積の和の全表面積に対する比率と定義している。

10

20

30

40

50

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記特開平7-163823号公報に開示のハニカムフィルタは、表面粗さが、同公報の表2に記載のとおり、実施例で2.3~7.4 μ m、比較例で3.1~7.4 μ m程度であるため、セル壁の捕集面積を大きくする効果は得られず、実質的に微粒子の捕集効率も低いという問題があった。このため、圧力損失が低く、しかも微粒子の捕集効率が高いフィルタを得ることは困難であった。

【0009】また、前記特開平8-931号公報に開示のハニカムフィルタは、気孔率が40%以上55%以下であり、圧力損失が増加し易いという問題があった。また、Valley Level なる値を20%以下とすることで表面に捕集された微粒子の剥離性が良くなるものの、排気ガス中の微粒子をセル壁で捕集する効果が少ないという問題もあった。なお、特開平8-931号公報には、表面粗さの値に関して具体的な記載は見当たらない。

【0010】本発明は、上記課題に鑑みてなされたもので、セル壁の気孔率を大きくして圧力損失を低く抑え、
20 と共に、排気ガス中の微粒子の捕集効率が高いハニカムフィルタを得ることにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ハニカムフィルタでの気孔率、平均細孔径を特定し、かつセル壁の表面粗さ（最大高さRy）を所定値以上に大きくすることで、上記課題が解決できるとの知見を得、本発明に想到した。

【0012】即ち、本発明のハニカムフィルタは、外周壁と、この外周壁の内周側でセル壁により囲まれた多数
30 のセルを有するハニカム構造体のセルの片端面を目封じして、排気ガスを前記セル壁の細孔を通過させて隣接セルに流し、排気ガスに含まれる微粒子を前記セル壁で捕集するハニカムフィルタであって、前記セル壁の気孔率が55~75%、平均細孔径が10~40 μ m、表面粗さ（最大高さRy）が10 μ m以上であることを特徴とする。

【0013】ここで、セル壁の気孔率を55~75%としたのは、気孔率が55%未満であると、圧力損失が大きくなり、気孔率が75%を超えると、微粒子の捕集効率が低下し、また、強度も低下するため、微粒子捕集用
40 フィルタとしては適さないからである。気孔率のより好ましい範囲は60~70%である。

【0014】また、セル壁の平均細孔径を10~40 μ mとしたのは、平均細孔径が10 μ m未満であると、圧力損失が大きくなり、平均細孔径が40 μ mを超えると、微細な微粒子がセル壁を透過して捕集効率が低下し、また強度も低下するため、微粒子捕集用フィルタとしては適さないからである。なお、気孔率及び平均細孔径は、水銀圧入式ポロシメータを用いて測定する。
50

【0015】また、セル壁の表面粗さ（最大高さRy）を10 μ m以上としたのは、気孔率を55~75%、平均細孔径を10~40 μ mと圧力損失が低く抑えられるよう設定しているにもかかわらず、セル壁表面に形成された凸凹部により微粒子を効率よく捕集することが可能となるからである。セル壁の表面粗さ（最大高さRy）が10 μ m未満では、排気ガス中の微粒子をセル壁で捕集する効果が少なく、微粒子捕集用フィルタとしては適さない。なお、セル壁の表面粗さ（最大高さRy）のより好ましい範囲は、20~100 μ mである。

【0016】そして、セル壁を構成するセラミックスの主結晶はコーゼライトであることが好ましい。セル壁を構成するセラミックスの主結晶がコーゼライトであると、微粒子捕集用フィルタとして十分な耐熱性、耐熱衝撃性、機械的強度が得られるからであるが、本発明はこれに限定されるものではなく、その他の耐熱性セラミックス、例えば、ムライト、アルミナ、窒化珪素、炭化珪素、窒化アルミ、リチウムアルミニウムシリケート、チタン酸アルミニウム、ジルコニア、等の材料を使用することができる。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、発明の実施の形態を詳細に説明する。

【0018】図1乃至図2に示すハニカムフィルタ10を以下のようにして作製した。

（基本原料粉末の調整）カオリン、タルク、シリカ、水酸化アルミ、アルミナなどの粉末を計量して、化学組成が質量比で、SiO₂:47~53%、Al₂O₃:32~38%、MgO:12~16%となるようにセラミックス原料粉末を調整した。

【0019】（ハニカム構造体用の坯土調整）セラミックス原料粉末に対し、成形助剤としてメチルセルローズ等のバインダ及び潤滑剤、造孔剤として、グラファイト、小麦粉、でん粉、樹脂粉、発泡剤などの量を変えて添加し、乾式で十分混合した。次いで、規定量の水を注入して更に十分な混合を行い、後述する成形及び焼成後、ハニカム構造体の各種の気孔率、平均細孔径及び表面粗さ（最大高さRy）が得られるよう坯土を作製した。

【0020】（押出成形）次に、坯土を一般的な構造の押出成形用金型を用いて押出成形し、セル壁で囲まれる断面が四角形状のハニカム構造を有する成形体を作製した。

【0021】（焼成）ハニカム構造を有する成形体を、バッチ式焼成炉を用いて焼成を行い、外周壁11aの外径が150mm、長さが150mm、セル壁厚が0.43mm、1cm²当たりのセル数が16個で、各種の気孔率、平均細孔径、セル壁の表面粗さ（最大高さRy）を有するコーゼライト質セラミックスからなるハニカム構造焼成体を得た。

【0022】（目封じ）次に、ハニカム構造を有する焼成体の両端面にマスキングフィルムを接着剤で貼り付けた後、市松模様となるように穿孔し、端部に市松模様の目封じ材を導入し、目封止部を形成し、ハニカムフィルタ10を得た。

【0023】（気孔率、平均細孔径、表面粗さ（最大高さRy）の測定）得られたハニカムフィルタ10から試料を切り出し、セル壁の気孔率（%）、平均細孔径（ μm ）、表面粗さ（最大高さRy）を測定した。なお、セル壁の気孔率（%）及び平均細孔径（ μm ）は、Micromeritics社製オートポアIII9410を用い水銀圧入法で測定した。また、表面粗さ（最大高さRy）は、（JIS）B 0601-1994に準じて数箇所測定した。

【0024】（捕集率及び圧力損失の測定）ハニカムフ

	気孔率 (%)	平均細孔径 (μm)	表面粗さ Ry(μm)	(a)捕集率 (%)	(b)圧力損失 (mmAq)	(c)評価
発明例1	62.8	14.9	15~30	95	382	○
発明例2	62.4	14.4	48~68	97	378	○
発明例3	65.4	14.6	87~89	98	381	○
発明例4	60.2	16.8	68~76	98	382	○
発明例5	66.8	19.5	57~74	98	377	○
発明例6	67.2	21.8	83~79	98	365	○
発明例7	65.5	30.8	22~44	96	353	◎
発明例8	68.3	33.7	45~62	98	328	◎
発明例9	56.8	14.9	47~68	99	396	○
発明例10	70.1	19.7	67~78	96	332	◎
比較例1	62.4	14.8	3~7	87	378	×
比較例2	45.2	7.7	3~7	98	448	×
比較例3	61.0	9.1	12~14	98	420	×
比較例4	69.1	48.3	32~55	82	322	×
比較例5	76.2	30.4	51~70	80	310	×

【0027】表1から、発明例1~10は、気孔率が55~75%、平均細孔径が10~40 μm 、表面粗さ（最大高さRy）が10 μm 以上であるので、捕集率が高く、かつ圧力損失の少ないハニカムフィルタ10となっていることがわかる。

【0028】一方、比較例1~5は、気孔率、平均細孔径、表面粗さ（最大高さRy）の何れかが、気孔率55~75%、平均細孔径10~40 μm 、表面粗さ（最大高さRy）10 μm 以上の範囲外であるので、捕集率及び／又は圧力損失の評価が低くなっている。

【0029】

【発明の効果】以上詳細に説明のとおり、本発明のハニカムフィルタは、気孔率を55~75%、平均細孔径を10~40 μm としていることから、低圧力損失が得られ、セル壁表面の表面粗さを10 μm 以上としているため、排気ガス中の微粒子を高効率で捕集することが可能となり、捕集時間の延長が可能となる。

*フィルタ10に粒径0.042 μm のカーボン粉を3g/hで2時間投入した後の（a）捕集率（%）〔（投入量－排出量）／（投入量）〕と、流入側11dと流出側11eの差圧を測定した。そして差圧を（b）圧力損失（mmAq）とした。また実用上から、（a）捕集率が90%以上で、かつ（b）圧力損失が、360mmAq未満を優（◎）、360~400mmAqを良（○）、400mmAqを超えるものをNG（×）として評価（c）した。また、捕集率が90%未満のものはNG（×）として評価した。

【0025】表1に、ハニカムフィルタ10の気孔率、平均細孔径及び表面粗さに対する、（a）捕集率、（b）圧力損失、（c）評価の結果を示す。

【0026】

【表1】

【図面の簡単な説明】

【図1】ハニカム構造体の斜視図である。

【図2】図1のハニカム構造体を用いた排気ガス浄化フィルタ10の一例の断面模式図である。

【符号の説明】

10a：流入

10b：排出

10：多孔質セラミックハニカムフィルタ（ハニカムフィルタ）

11：多孔質セラミックハニカム構造体（ハニカム構造体）

11a：外周壁

11b：セル壁

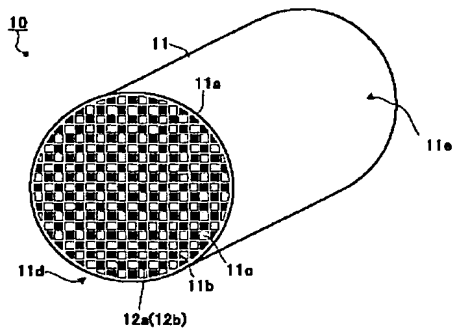
11c：セル

11d：流入側

11e：流出側

12a, 12b：目封じ材

【図1】



【図2】

